

**POLYAMIDE RESIN COMPOSITION AND ITS PRODUCTION**

**Publication number:** JP6228435

**Publication date:** 1994-08-16

**Inventor:** KAWAI MICHIO; KAWA MANABU; KISHIMOTO SHINTARO

**Applicant:** MITSUBISHI CHEM IND

**Classification:**

- international: C08G69/00; C08K3/34; C08K9/04; C08L77/00;  
C08G69/00; C08K3/00; C08K9/00; C08L77/00; (IPC1-7): C08L77/00; C08G69/00; C08K3/34; C08K9/04

- european:

**Application number:** JP19930015475 19930202

**Priority number(s):** JP19930015475 19930202

**Report a data error here**

**Abstract of JP6228435**

**PURPOSE:** To produce a composition having a low specific gravity, excellent in shock strength and improved in tensile strength and flexural modulus in a well-balanced state by dispersing a specified inorganic filler in a polyamide resin as the raw material and subsequently polymerizing it.

**CONSTITUTION:** The composition containing an expandable fluoromica exhibiting  $\geq 30$  meq/100g ion exchange capacity and/or its denaturated material modified with an organic compound is obtained by adding the above-mentioned expandable fluoromica and/or its denaturated material modified with an organic compound in an amount of 0.5 to 20wt.% on inorganic ash base to a raw material polyamide resin and subsequently polymerizing the raw material preferably according to heat-fusion polycondensation method. In addition, nylon 6 is preferably used as the polyamide resin. Further, the denaturated expandable fluoromica modified with an organic compound is obtained recommendably by exchanging interlayer ions of the expandable fluoromica with an organic cationic compound such as decylamine.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-228435

(43)公開日 平成 6 年(1994) 8 月16日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 77/00	K K T	9286-4 J		
C 0 8 G 69/00	N R D	9286-4 J		
	N R E	9286-4 J		
C 0 8 K 3/34		7242-4 J		
9/04	K L D	7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21)出願番号	特願平5-15475	(71)出願人	000005968 三菱化成株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目 5 番 2 号
(22)出願日	平成 5 年(1993) 2 月 2 日	(72)発明者	川井 道生 神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三 菱化成株式会社総合研究所内
		(72)発明者	加和 学 神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三 菱化成株式会社総合研究所内
		(72)発明者	岸本 伸太郎 神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三 菱化成株式会社総合研究所内
		(74)代理人	弁理士 長谷川 暁司

(54)【発明の名称】 ポリアミド樹脂組成物及びその製造方法

(57)【要約】

【構成】 イオン交換容量が30 meq/100 g以上の膨潤性フッ素雲母および/またはその有機変性物を無機物灰分量として0.5~20重量%含むことを特徴とするポリアミド樹脂組成物、及び、かかる膨潤性フッ素雲母および/またはその有機変性物をポリアミド樹脂原料中に分散させ、次いでこれを重合せしめることを特徴とする、ポリアミド樹脂組成物の製造方法。

【効果】 引張伸度を曲げ弾性率の両方がバランス良く改善され、かつ低比重で高い機械的強度を有するポリアミド樹脂組成物が得られ、特に射出成形品に適する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 イオン交換容量が30meq/100g以上の膨潤性フッ素雲母および／またはその有機変性物を無機物灰分量として0.5～20重量%含むことを特徴とするポリアミド樹脂組成物。

【請求項2】 イオン交換容量が30meq/100g以上の膨潤性フッ素雲母および／またはその有機変性物をポリアミド樹脂原料中に無機物灰分量として0.5～20重量%分散させ、次いでこれを重合せしめることを特徴とするポリアミド樹脂組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、強度、剛性が著しく高くかつ衝撃強度が改善された、ポリアミド樹脂と膨潤性フッ素雲母からなるポリアミド樹脂組成物の製造方法に関するものであり、得られるポリアミド樹脂組成物はその低比重、高剛性の特徴を生かして様々な機械工業部品、電気電子部品などに応用されるものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来よりポリアミド樹脂の強度や剛性を高める目的で種々の充填剤、例えばガラス繊維や炭素繊維などの無機繊維あるいは炭酸カルシウム、雲母、タルクなどの無機化合物を配合することが行われてきたが、これらの手法は強度や剛性を高める上では有効であるものの、ポリアミド樹脂の特徴である靱性を著しく損なう欠点、比重が増すという欠点、また表面外観が低下するといった欠点があった。

【0003】特に衝撃強度については、ガラス繊維を除く雲母などのフィラーは添加量の増加とともに低下する傾向があり、一般にこれらの無機充填剤の添加がポリアミド樹脂の衝撃強度を高めることはなかった。また、ガラス繊維は充填率が20%を越えると衝撃強度は上昇するが、それ以下の添加量では他のフィラーと同様であった。更に、これらの充填剤を添加すると、比重が重くなるという欠点があった。

【0004】一方特公昭50-35544号公報には有機塩基類と層状シリケート類であるモンモリロナイト族粘土類との複合体である有機ベントナイトを0.005～10重量%添加することを特徴とするポリアミド樹脂組成物が開示されており、フィルムにおける透明性、表面光沢性などを失うことなく弾性率が向上されることをうたっている。また特公昭58-35211号公報や特開昭62-74957号公報でも同じようにポリアミド樹脂と層状シリケート類の複合体が開示されており、層状シリケート化合物は有機アミン類あるいはアミノカルボン酸類などを膨潤剤として有機変性され、続いてポリアミド樹脂の重合時にモノマーのカプロラクタムに添加され、その後重合されて極めて均一な分散複合体を得ている。これらは何れも少量の無機物の添加で強度剛性が向上することが特徴である反面、靱性の低下、すなわ

ち引張伸びや衝撃強度の低下があり、強度、剛性を向上させるにも限界があった。

【0005】他方、特公昭58-35542号公報ではポリアミドに有機ダイモナイト、すなわち膨潤タイプの合成雲母と有機塩基の複合体を添加した組成物が開示され、フィルムの表面光沢が改良されることが示されているが、発明の目的が表面光沢の改良であるが故に極めて少量の添加量での検討しか行われておらず、さらにはこれらの充填剤のポリアミドに及ぼす力学的性質の変化については全く未知であった。またここで用いられたダイモナイトは膨潤タイプとは言うもののイオン交換容量が小さく層の劈開性が不十分であり、よって力学的性質を改善するに不十分であった。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、ポリアミドの強度、剛性を改良する目的で種々の無機充填剤が開発されてきたが、引張伸びや衝撃強度とのバランスが悪化するため現実にはその応用に制限があり、満足できるものではなかった。従って剛性、衝撃強度の何れも向上せしめ、かつ軽量のポリアミドの無機充填剤による改質方法の開発が期待されていた。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは種々の構造の層状シリケート化合物について靱性と剛性のバランスの観点から鋭意検討を続けた結果、意外にもイオン交換容量が一定以上の膨潤性フッ素雲母とポリアミドの複合体が、剛性が高いだけでなく衝撃強度までも向上せしめることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち本発明は、イオン交換容量が30meq/100g以上の膨潤性フッ素雲母および／またはその有機変性物無機物を灰分量として0.5～20重量%含むことを特徴とするポリアミド樹脂組成物、及び、該膨潤性フッ素雲母等をポリアミド樹脂原料中に無機物灰分量として0.5重量%から20重量%分散させ、次いでこれを重合せしめることを特徴とするポリアミド樹脂組成物の製造方法に関するものである。

【0009】以下に本発明を更に詳しく説明する。本発明におけるポリアミド樹脂とは主鎖中にアミド結合(—NHCO—)を含む重合体であって、加熱溶融できるものを意味する。好適なポリアミド樹脂として、ポリテトラメチレンアジバミド(ナイロン46)、ポリカプロラクタム(ナイロン6)、ポリヘキサメチレンアジバミド(ナイロン66)、ポリヘキサメチレンセバカミド(ナイロン610)、ポリヘキサメチレンドデカミド(ナイロン612)、ポリウンデカラクタム(ナイロン11)、ポリドデカラクタム(ナイロン12)、テレフタル酸および／またはイソフタル酸とヘキサメチレンジアミンとから得られるポリアミド、アジピン酸とメタキシリレンジアミンとから得られるポリアミド、テレフタル酸とアジピン酸とヘキサメチレンジアミンとから得られ

るポリアミド、共重成分として二量体脂肪酸を含む共重合ポリアミド、およびこれらのうち少なくとも2種の異なったポリアミド形成成分を含むポリアミド共重合体並びにこれらの混合物などがあげられる。とりわけナイロン6はそれ自身が靱性と剛性のバランスに優れ、剛性が高い割にしなやかさを備えており本発明の目的に最も好適なマトリクスとして用いられる。また、かかるポリアミド樹脂の原料とは具体的にはジアミンとジカルボン酸、ラクタム類、または重合可能な $\omega$ -アミノ酸類、

10 ジアミンとジカルボン酸からなる塩、およびこれらの原料のオリゴマーである。

〔0010〕該ジアミンとしては、一般式(1)

〔0011〕

〔化1〕 $H_2N-X-NH_2$ ………(1)

(式中、Xは二価の脂肪族基、二価の脂環式基又は二価の芳香族基であって、これらの基は置換基を有していても良い。)

〔0012〕で示される化合物が用いられる。このようなジアミンとして具体的には、例えばトリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、フェニレンジアミン類、

20 キシリレンジアミン類、2, 2, 4-又は2, 4, 4-トリメチルヘキサメチレンジアミン、ビス(4-アミノシクロヘキシル)メタン、ビス(4-アミノ-3-メチルシクロヘキシル)メタン、ヘキサメチレンジアミンなどが挙げられる。これらのジアミンは一種用いても良いし、二種以上を組み合わせ用いても良い。また、該ジカルボン酸としては、一般式(2)

〔0013〕

〔化2〕 $HOOC-Y-COOH$ ………(2)

(式中、Yは二価の脂肪族基、二価の脂環式基又は二価の芳香族基であって、これらの基は置換基を有していても良い。)で示される化合物が用いられる。

〔0014〕このようなジカルボン酸として具体的には、例えばセバシン酸、オクタデカン二酸、スベリン酸、グルタル酸、ピメリン酸、アジピン酸などの脂肪族ジカルボン酸、イソフタル酸、テレフタル酸などの芳香族ジカルボン酸、シクロヘキサン-1, 4および1, 3-ジカルボン酸などの脂環式ジカルボン酸などがあげられる。これらのジカルボン酸は一種用いても良いし、二種以上を組み合わせ用いても良い。更にこれらのジカルボン酸の酸塩化物も重合原料として用いることができる。

〔0015〕また、ラクタム類として具体的には、例えば $\beta$ -チララクタム、 $\gamma$ -ピロラクタム、 $\epsilon$ -カプロラクタム、 $\epsilon$ -カプリラクタム、エナントラクタム、ウンデカノラクタム、ドデカノラクタムなどが挙げられる。これらのラクタムは一種用いても良いし、二種以上を組み合わせ用いても良い。さらに重合可能な $\omega$ -アミノ酸類として具体的には、例えば6-アミノカプロン酸、7-アミノ

ヘプタン酸、9-アミノノナン酸、11-アミノウンデカン酸12-アミノドデカン酸などが挙げられる。これらの重合可能な $\omega$ -アミノ酸は一種用いても良いし、二種以上を組み合わせ用いても良い。

〔0016〕これらの各種のポリアミド樹脂原料は数種組み合わせ用いてもよい。本発明に用いられる膨潤性フッ素雲母とは、雲母の結晶水( $OH^-$ )をフッ素( $F^-$ )に置換した構造を持つ合成雲母であり、水中で層間に水分子を引き入れて膨潤する性質を有するものである。代表的な組成として、

〔0017〕

〔化3〕

$LiMg_xLi(Si_yO_{3y})F_z$

$NaMg_xLi(Si_yO_{3y})F_z$

$NaMg_{x-1}(Si_yO_{3y})F_z$

が挙げられるが厳密にこれらの化学組成に一致している必要はない。

〔0018〕また膨潤性フッ素雲母のイオン交換容量は少なくとも30meq/100g、好適には50meq/100g、より好適には70meq/100g以上であることが必要である。イオン交換容量が30meq/100g未満では、有機変性時に十分な量の有機イオンが取り込まれず結果ポリアミドに混合してもシリケート層間の劈開が十分に進まず剛性向上が不十分である。これらの好適なイオン交換容量の膨潤性フッ素雲母としては、具体的には例えばコープケミカル(株)より市販されている膨潤性合成雲母(商品名ME100)等が挙げられる。

30

〔0019〕本発明において有機変性とは、膨潤性フッ素雲母の層間イオンを有機陽イオン化合物によりイオン交換(すなわちインターカレーション)し層間複合体を形成させることである。有機陽イオン化合物としては1~4級のアンモニウム塩、各種ホスホニウム塩等が挙げられ、具体的には例えばデシルアミン、ラウリルアミン、ドデシルアミン、オクタデシルアミン、ジメチルドデシルアミン、ジメチルオクタデシルアミン、テトラブチルアンモニウム、ジメチルジオクタデシルアンモニウム、トリメチルドデシルアンモニウム、トリメチルオクタデシルアンモニウム、トリメチルベンジルアンモニウム、6-アミノカプロン酸、12-アミノドデカン酸、アニリン、ベンジルアミン、p-フェニレンジアミン、 $\alpha$ -ナフチルアミン、p-アミノジメチルアニリン、2, 7-ジアミノフルオレン、ベンジジン、ピリジン、ビペリジン、テトラブチルホスホニウム、トリブチルオクタデシルホスホニウム等の塩類の一種または二種以上の混合物が用いられる。

〔0020〕なお、本発明に用いられる有機陽イオンは上記に挙げた具体例に限られないが、変性後のシリケートの層間距離が15Å以上となるものをを用いるのが好適である。かかる有機変性の量は、イオン交換容量の30

50

%以上が好ましい。有機変性の手法は特に限定されないが、代表的な方法としては、膨潤性フッ素雲母を水中に分散させたスラリーとし、これに前述の有機陽イオンを含む水溶液ないしアルコール溶液を加え、攪拌下イオン交換を行わせ、生成した沈澱物を濾過後脱水、乾燥、必要に応じて粉砕し粉末とする方法などが挙げられる。

【0021】本発明において膨潤性フッ素雲母またはその有機変性物のポリアミド樹脂組成物中の含有量は、無機物灰分量として0.5～20重量%、好適には0.8～10重量%、より好適には1～7重量%である。無機物灰分量とはポリアミド樹脂組成物の有機成分を650℃の電気炉中で完全に焼失せしめた後残った成分の重量分率のことである。

【0022】無機物灰分量が0.5重量%以下の場合には弾性率の向上が顕著でなく、一方20重量%以上の場合には加熱時に有機変性に用いた有機陽イオン化合物の影響で劣化が促進されるなどの欠点、あるいは成形加工が困難になるなどの欠点が著しく好ましくない。尚、膨潤性フッ素雲母とその有機変性物は、各々単独で用いてもよく、また併用してもよい。

【0023】本発明の膨潤性フッ素雲母またはその有機変性物とポリアミド樹脂との混合はポリアミド樹脂の熔融状態で行われることが肝要であり、その範囲において任意の段階で添加できるものである。例えば、重合前のポリアミド樹脂原料に添加後ポリアミド樹脂の熔融重合と共にポリアミド樹脂と熔融混合する方法、あるいはポリアミド樹脂の熔融重合途中ないしは重合後チップ化前に添加し熔融混合する方法、チップ化後のポリアミド樹脂に添加し押出機などの混練機にて熔融混合する方法などの任意の方法で製造可能である。

【0024】生産性やその簡便さを考慮すれば、混練機を用いた熔融混合を行う方法が好適である。但し、熔融混合の場合は、有機変性した膨潤性フッ素雲母を用いる方が、分散性が良いので好ましい。一方、重合前のポリアミド樹脂原料に添加して分散せしめ、次いでポリアミド樹脂を熔融重合させることにより製造する方法では、衝撃強度が格段に向上するという効果が得られる。この場合、膨潤性フッ素雲母またはその有機変性物のポリアミド樹脂原料への添加の方法は特に限定はないが、分散を促進する目的で添加する粉体の粒径はできるだけ細かい方が望ましく、また混合時に攪拌などを行なうことが好適である。

【0025】ポリアミドの重合方法は特に制限はなく、公知のいかなる方法、例えば熱熔融重合、ラクタムの開環重合、溶液重合などが用いられるが、中でも経済性などから熱熔融重合が好適である。また重合に際して酢酸や安息香酸などの一塩基酸あるいはヘキシルアミ

ン、アニリンなどの一酸塩基を分子量調節剤として加えることができる。さらに必要に応じて、亜磷酸ソーダ、次亜磷酸ソーダ、亜磷酸、次亜磷酸やヒンダードフェノールに代表される熱安定剤や重合添加剤を加えることができる。

【0026】本発明のポリアミド樹脂の分子量には特に制限はなく、使用目的などに応じて適宜決められるが、通常は相対粘度1.5以上、より好適には2～5である。ここで相対粘度とはJIS K-6810に従って9.8%硫酸中、ポリマー濃度1%温度25℃にて測定した溶液粘度である。本発明のポリアミド樹脂には、必要に応じて本発明の目的を損なわない範囲で通常ポリアミド樹脂に用いられる充填剤、例えばガラス繊維や炭素繊維などの無機繊維、マイカ、タルク、粘度鉱物、アルミナ、シリカなどの無機フィラー、三酸化アンチモン、水酸化アルミニウムなどの難燃剤、チタンホワイトなどの顔料や着色剤、亜磷酸ソーダやヒンダードフェノールに代表される熱安定剤、ステアリン酸やパラフィンワックスなどの滑剤、種々の可塑剤、耐候性向上剤や帯電防止剤などの各種添加剤を加えることができる。

【0027】さらに本発明のポリアミド樹脂に必要に応じて本発明の目的を損なわない範囲で通常ポリアミド樹脂にブレンドされる熱可塑性樹脂やエラストマー、例えば無水マレイン酸変性ポリオレフィン樹脂、エポキシ基含有化合物で変性されたスチレン-ブタジエン共重合樹脂、アクリルゴム、ポリエチレンテレフタレートやポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル樹脂、他のポリアミド樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂などを加えても良い。

【0028】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明のポリアミド樹脂組成物について更に詳細に説明するが、本特許はこれら実施例によって何等限定されない。実施例中の各測定項目は下記の方法で測定した。

曲げ試験：ASTM D790に準じて測定した。

引張試験：ASTM D638に準じて測定した。

Izod衝撃強度：ASTM D256に準じて測定した。

【0029】以下の実施例及び比較例で用いた無機充填剤については、表1に一覧を示した。イオン交換性の層状珪酸塩類についてはイオン交換容量を、有機変性品については変性に用いた有機陽イオンの種類を合わせて示した。

【0030】

【表1】

表 1

層状珪酸塩種 <sup>*1</sup>	イオン交換容量 <sup>*2</sup> (meq/100g)	有機変性 有 無	有機陽 イオン種 <sup>*3</sup>	有機変性率 <sup>*4</sup> (%)
ME100	70~80	有	A	~125
オルベン	~90	有	A	~110
雲母	イオン交換性なし	—	—	—

\*1) 層状珪酸塩種:

ME100: コーブケミカル(株)社製合成膨潤性フッ素雲母ME100(商品名)

オルベン: 有機変性ベントナイト(珪酸塩成分はモンモリロナイト)白石工業(株)製(商品名)

雲母: 山口雲母工業所製、A-61(商品名)

\*2) イオン交換容量: メチレンブルー吸着法またはショーレンベルガー法で決定

\*3) 有機陽イオン種: トリメチルオクタデシルアンモニウム・ステアリン酸アミド複合体

\*4) 有機変性率 = (熱重量減少(TG)または元素分析より求められる含量) ÷ (イオン交換容量より計算される最大含量) × 100

【0031】<実施例1~2、比較例1~5>ナイロン6(ノバミッド1020J、三菱化成(株)製、ノバミッドは登録商標)2kgに対して表2中に示す組成で、35mm径2軸押出機(同方向回転、噛合い型、東芝機

械(株)社製TEM35B)を用い、280℃で混練、ペレット化し、さらにバレル温度280℃金型温度約80℃で規定のダンベルを射出成形し物性を測定した。物性測定の結果を無機灰分量、成形品の表面性状、着色性状、比重とともに表2に示した。

【0032】<比較例6>クニミネ工業(株)社製クニビアーF(高純度モンモリロナイト、イオン交換容量119meq/100g、商品名)を12-アミノドデカン酸で有機変性させた後100℃のカプロラクタム融液(6-アミノカプロン酸を10重量%含む)中に仕込時の添加量として7.4重量%分散させた後、260℃、常圧で2時間、更に同温度、50torrで2時間重合しサンプルを得た。このサンプルについて実施例と同様の成形、分析、物性測定を行い結果を表2に示した。

【0033】

【表2】

表 2

№	充填剤	添加量	含量	YS	UE	FM	FS	Izod	表面	着色	比重
実施例1	ME100	2.0	1.1	830	75	33290	1240	7.2	○	○	1.14
実施例2	ME100	7.4	5.1	940	16	46860	1415	8.5	○	○	1.16
比較例1	ME100	0.5	0.3	800	80	29850	1000	7.5	○	○	1.14
比較例2	ME100	35.0	20.4	混練成形時ストランド つながらずペレット化不可							-
比較例3	カルベソ	7.4	4.7	940	2	47200	1400	7.2	○	×	1.16
比較例4	蚕 母	5.0	5.1	900	15	35620	1300	6.4	×	×	1.19
比較例5	なし	-	-	760	230	27000	990	7.1	○	○	1.14
比較例6	クニビ-F	7.4	4.6	500	1.8	48100	1350	6.5	○	×	1.16

【0034】添加量：混練時に加えた添加剤の量（重量％）

含量：組成物に含まれる無機物灰分量（重量％）

YS：引張強度（ $\text{kg}/\text{cm}^2$ ）；UE：引張伸度

（％）；FM：曲げ弾性率（ $\text{kg}/\text{cm}^2$ ）

FS：曲げ強度（ $\text{kg}/\text{cm}^2$ ）；Izod：1/8"

Izod衝撃強度（ $\text{kg}\cdot\text{cm}/\text{cm}$ ）、ノッチつき

表面：表面外観（荒れ、光沢）の観察結果（…表面が平滑で光沢がある。×…表面がざらついていて光沢がない。）

着色：着色の程度の観察結果（…白色。×…褐色に着色している。）

【0035】＜実施例3＞コープケミカル（株）社製ME100 11.3gをω-カプロラクタム192.4g、6-アミノカブロン酸21.4gに加え、乳鉢中で十分に粉碎混合し、混合した原料を重合容器に仕込んだ。反応系を窒素置換の後、100℃まで昇温し常圧で30分攪拌し分散させ、その後反応系の温度を260℃まで昇温し常圧で2時間反応を続け、その後約3時間掛けて50 torrまで減圧し、この圧力で更に1時間反応を続けた。反応終了後生成ポリマーを取り出し、これをチップ化後、沸騰水中で残存低分子量物を抽出し、8

0℃熱風乾燥2時間、100℃真空乾燥18時間の後、パレル温度280℃、金型温度80℃で射出成形し、所定の評価用ダンベル片を得、上記の評価を行った。結果を表3に示した。

【0036】＜実施例4＞脱塩水2Lに、濃塩酸5.93ml、および12-アミノドデカン酸14.4gを攪拌しながら加え均一に溶解させ、ここにME100、15gを徐々に加え白色懸濁液を得た。これを更に約3時間攪拌した後、約12時間静置し、生成物を濾過後AgNO<sub>3</sub>を用いて洗浄水に塩化物イオンが検出されなくなるまで洗浄を繰り返した。得られた粉末を乾燥後粉碎し白色微粉末の有機変性ME100を得た。該有機変性ME100を11.3g用いる他は実施例3と同様にしてポリアミド樹脂組成物を合成し、射出成形後、物性を測定した。結果を表3に示した。

【0037】＜比較例7＞ME100の代わりにクニビアーFを用いる他は実施例3と同様にしてポリアミド樹脂組成物を合成し、射出成形後、物性を測定した。結果を表3に示した。

【0038】＜比較例8＞ME100の代わりにクニビアーFを用いる他は実施例4と同様にしてポリアミド樹脂組成物を合成し、射出成形後、物性を測定した。結果

を表3に示した。

【0039】＜比較例9＞ME100の代わりにトビー工業（株）社製ダイヤモンド（膨潤性合成フッ素雲母、イオン交換容量14meq/100g）を用いる他は実\*

\* 施例4と同様にしてポリアミド樹脂組成物を合成し、射出成形後、物性を測定した。結果を表3に示した。

【0040】

【表3】

表 3

No	無機物灰 分量(WT%)	FM (kg/cm <sup>2</sup> )	FS (kg/cm <sup>2</sup> )	1/8" Izod (kg/cm・cm)
実施例3	5.24	41150	1230	12.6
実施例4	4.55	51880	1400	18.4
比較例7	5.04	43870	1040	6.0
比較例8	4.55	48580	1340	5.1
比較例9	4.72	32200	1150	7.3

【0041】

【発明の効果】本発明のポリアミド樹脂組成物は、引張伸度と曲げ弾性率の両方がバランス良く改善されており、かつ他の充填剤を用いた場合に比べて、低比重で高い機械的強度を達成できる。従って、特に射出成形品に

適しており、機械工業部品、電気電子部品などに有用である。

30 【0042】また、本発明の製造法により得られた組成物は、特に衝撃強度に優れている。